

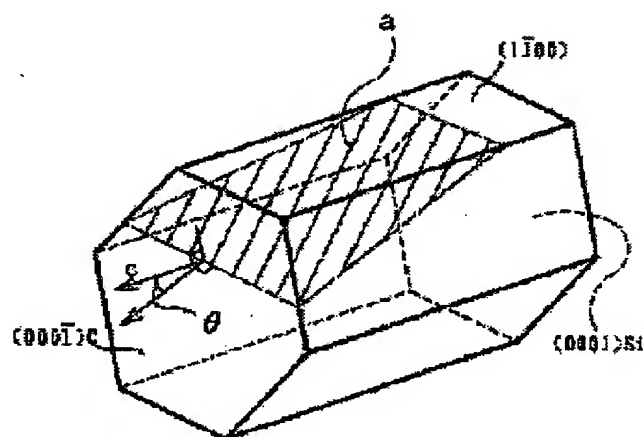
GROWTH METHOD OF SILICON CARBIDE SINGLE CRYSTAL

Patent number: JP7267795
Publication date: 1995-10-17
Inventor: TAKAHASHI ATSUSHI; KANETANI MASATOSHI; OTANI NOBORU
Applicant: NIPPON STEEL CORP
Classification:
- international: C30B23/00; C30B29/36; C30B23/00; C30B29/10; (IPC1-7): C30B29/36; C30B23/00
- european:
Application number: JP19940056036 19940325
Priority number(s): JP19940056036 19940325

Report a data error here

Abstract of JP7267795

PURPOSE: To provide a method for growing a good-quality SiC single crystal while suppressing generation of crystal grains varying in crystal bearings from a seed crystal by using the specific crystal face of the SiC single crystal as the seed crystal in a sublimation recrystallization method. **CONSTITUTION:** The hatched face (a) in Fig. is a face inclined by an off angle θ to the (0001) C face direction from the (1100) face. The seed crystal substrate having such face is obtd. by cutting out a SiC single crystal ingot, which is grown on the {0001} face by, for example, the conventional sublimation method, with an inclination by the off angle θ from the angle perpendicular to the {0001} base face. The substrate cut out by inclining only the desired face is mounted as the seed crystal into a crucible of a single crystal producing apparatus and the inside of a vessel is evacuated to vacuum. An inert gas is admitted into the vessel and is kept at 600 Torr and the raw material temp. is heated up to 2100 to 2500 deg.C in 10 to 90 minutes from 2000 deg.C under an atmosphere of 1 to 50 Torr to start growth. The seed crystal is kept lower by 40 to 100 deg.C than the raw material temp. and the temp. gradient is kept at 5 to 25 deg.C/cm. The growth speed of the single crystal is so regulated as to attain 0.4 to 1.6 mm/h.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-267795

(43) 公開日 平成7年(1995)10月17日

(51) Int.Cl.⁶

C 3 0 B 29/36
23/00

識別記号

庁内整理番号
A 8216-4G

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平6-56036

(22) 出願日 平成6年(1994)3月25日

(71) 出願人 000006655

新日本製鐵株式会社

東京都千代田区大手町2丁目6番3号

(72) 発明者 高橋 淳

神奈川県相模原市淵野辺5-10-1 新日本製鐵株式会社エレクトロニクス研究所内

(72) 発明者 金谷 正敏

神奈川県相模原市淵野辺5-10-1 新日本製鐵株式会社エレクトロニクス研究所内

(72) 発明者 大谷 昇

神奈川県相模原市淵野辺5-10-1 新日本製鐵株式会社エレクトロニクス研究所内

(74) 代理人 弁理士 八田 幹雄

(54) 【発明の名称】 S i C単結晶の成長方法

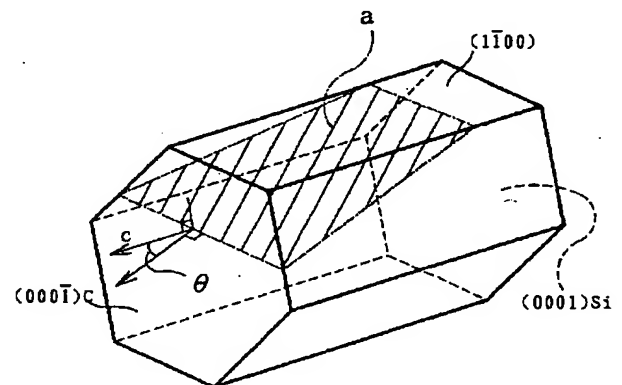
(57) 【要約】

【目的】 種結晶と結晶方位の異なる結晶グレインの発生を抑え、良質のS i C単結晶インゴットを成長させる方法を提供する。

【構成】 昇華再結晶法において、S i C単結晶の(0 0 0 1)基底面に、垂直な面から

【外 1】

(0 0 0 1) C面方向に傾けた結晶面上に成長を行なうS i C単結晶の成長方法。



【特許請求の範囲】

*な面から

【請求項1】 昇華再結晶法において、

【外1】

種結晶としてSiC単結晶の(0001)基底面に垂直*

(000 $\bar{1}$)C面方向に傾けた結晶面を使用することを特徴とする

SiC単結晶の成長方法。

※な面から

【請求項2】 昇華再結晶法において、

【外2】

種結晶としてSiC単結晶の(0001)基底面に垂直※

(000 $\bar{1}$)C面方向に5-30度オフ角度をつけた結晶面を

使用することを特徴とするSiC単結晶の成長方法。

★【外3】

【請求項3】 昇華再結晶法において、

★10

種結晶として(1 $\bar{1}$ 00)面から(000 $\bar{1}$)C面方向に傾けた結晶面を使用することを特徴とするSiC単結晶
の成長方法。

☆【請求項4】 昇華再結晶法において、

☆ 【外4】

種結晶として(1 $\bar{1}$ 00)面から(000 $\bar{1}$)C面方向に5-30度オフ角度をつけた結晶面を使用することを特
徴とするSiC単結晶の成長方法。◆陥(empty tube)などが取り除かれることが示されてい
る。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、SiC単結晶育成方法
に関するものである。詳しくは、青色発光ダイオード、
電子デバイスなどの応用面やインゴット育成時の種結晶
基板ウエハとして有用な良質のSiC単結晶を成長させ
る方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】SiC単結晶は、化学的に安定で、しか
も高温、放射線に耐えられる素材であるため、耐環境性
半導体素子材料としての応用が期待されている。また、
禁制帯幅が大きいことより、短波長の発光ダイオード材
料として利用されている。実際に6H-SiC(Hは六
方晶形、6は単位胞中の原子積層の数を意味する)は室
温で約3.0eVの禁制幅をもち、青色発光ダイオード
用材料となっている。

【0003】特開平05-262599には、種結晶と
した(0001)基底面に垂直または垂直に近い結晶面
上に結晶成長させる方法が開示されており、この方法に
よって得られる単結晶はポリタイプ制御が容易な上、非
常に良質であることが示されている。また、Journal of
Crystal Growth 135(1994)61-70では、この方法によ
って成長した結晶を従来の{0001}面上の成長結晶と
比較しており、{0001}ウエハを貫通する中空状欠

20 陥(empty tube)などが発生することが示されてい
る。
【0004】しかしながら、このような成長方法では、
種結晶と結晶方位の異なった結晶グレインがその結晶表
面に発生することがしばしばみられる。このような結晶
グレインが発生すると成長インゴットには結晶方位の異
なったグレインが含まれることになり、インゴットは完
全な単結晶ではなく多結晶となってしまう。これより切
り出したウエハは、素子を作製したときの歩留まりを著
しく低下させるだけでなく、昇華法の種結晶としての使
用も不可能となる。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】そこで、本発明は、種
結晶と結晶方位の異なる結晶グレインの発生を抑え、良
質のSiC単結晶を成長させる方法を提供することを目
30 的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】上記課題は、昇華再結晶
法において、SiC単結晶の(0001)基底面に
【外5】
垂直な面から(000 $\bar{1}$)C面方向に傾けた結晶面上に
成長を行なう方法によって解決される。特にオフ角度の
大きさは5-30度が好ましい。

【0007】

【外6】

【0009】SiC種結晶基板面にSiC結晶を成長さ
せる場合、(0001)基底面に垂直な結晶面から(0
001)Si面方向にオフした面に比べ、

【外7】

(000 $\bar{1}$)C面方向にオフした面を使用すると、

この面極性特性のため種結晶に対し結晶方位の異なる結
晶は発生しにくい。また無極性である(0001)基底
面に垂直な面に比べても、

50 【外8】

傾けた結晶面上に成長を行なう方法によって解決され
る。特にオフ角度の大きさは5-30度が好ましい。

【0008】

【作用】SiCは極性結晶であるため、(0001)基
底面に垂直な結晶面を除き全ての面に面極性が現れる。
この面極性特性は、熔融KOHによるエッチング速度や
熱酸化による酸化膜形成速度などに影響を与えている。
この性質は、結晶成長において、方位の異なる結晶グレ
インの発生のしやすさにも影響を与える。

3

(000 $\bar{1}$) C面方向に傾けた結晶面上では

このようなグレイン発生は少ない。

しかしながら、(000 $\bar{1}$) C方向へのオフ角度が大きすぎると、

前述した結晶方位の異なる結晶グレインの発生は抑えられるものの、(0001) 基底面に垂直または垂直に近い結晶面上に得られる良質な結晶は成長できなくなる。つまり、多形の混在が起こりやすくなる上、前記中空状欠陥や六角形状エッチピットに対応する結晶欠陥が多数※

また(1 $\bar{1}$ 00)面から(000 $\bar{1}$) C面方向にオフした結晶面を

種結晶基板として使用すると、成長結晶先端部がファセットで覆われ、成長結晶表面の熱エッチングなどによる欠陥の発生がなくなるため望ましい。

【0012】

【実施例】以下、図面を用いて本発明の実施例を詳細に説明する。

【0013】図1は、本発明のSiC単結晶の成長方法において用いられる単結晶成長装置の一例を示すものである。

【0014】図1に示されるように、該単結晶成長装置に使用される黒鉛製の坩堝は、有底の坩堝1と、SiC基板種結晶5の取り付け部4を有する前記坩堝1の開口部を覆う黒鉛製の坩堝蓋3とにより構成され、坩堝1と坩堝蓋3の側面および上下は黒鉛フェルト製の断熱材6により覆われており、さらに真空排気装置により真空排気でき、かつ内部雰囲気Arなどの不活性気体で圧力制御できる容器に入れられている。加熱は、例えば容器外★

図中斜線面aは、(1 $\bar{1}$ 00)面から(000 $\bar{1}$) C面方向に

オフ角度 θ だけ傾いた面を意味する。この場合、この斜線面aの裏面は(0001) Si方向にオフ角度 θ だけ傾いた面となり、本発明には含まれない。

【0017】このような面をもつ種結晶の基板は、例えば従来の昇華法により{0001}面上に成長させたSiC単結晶インゴットを、(0001)基底面に垂直な方向からオフ角度 θ だけ傾けて切り出し加工することにより得られる。この所望の面を出した基板を種結晶5として坩堝蓋3の取り付け部4に取り付け、例えば下記のように結晶成長を行なう。

【0018】容器内を真空とし、原料温度を約2000℃まで上げる。その後、不活性気体を流入させながら約600 Torrに保ち、原料温度を目標温度に上昇させる。減圧は10～90分かけて行ない、雰囲気圧力を1～50 Torr、より好ましくは5～20 Torr、原料温度を2100～2500℃、より好ましくは2200～2400℃に設定し、成長を開始するのが望ましい。これより低温では原料が気化しにくくなり、これより高温では熱エッチングなどにより良質の単結晶が成長しにくくなる。また、種結晶温度は原料温度より40～100℃、より好ましくは50～70℃低く、温度勾配は5～25℃/cm、より好ましくは10～20℃/cmとなるように設定するのが望ましい。さらに温度と圧

4

*【0010】

*【外9】

※発生するようになり結晶品質を低下させる。そのため、(0001) 基底面に垂直な面からのオフ角度は5～30度が好ましい。

【0011】

【外10】

10★に巻装した高周波誘導コイルなどにより行なう。坩堝温度の計測は、例えば坩堝下部を覆うフェルトの中央部に直径2～4mmの光路7aを設け坩堝下部の光を取り出し、二色温度計を用いて常時行なう。この温度を原料温度とみなす。また、予め上部フェルトに同じような光路7bを設け坩堝蓋の温度を測定し、これを種結晶温度とみなす。

【0015】(0001) 基底面に垂直な面は、

【外11】

(1 $\bar{1}$ 00)面、(11 $\bar{2}$ 0)面以外にも

20 無数存在(面指数では{hkil}と表記できる)する。本発明で使用する面は、このような面から【外12】

(000 $\bar{1}$) C面方向に傾けた結晶面である。

【0016】図2は、本発明で使用する結晶面の一例を説明するための図面である。

【外13】

図中斜線面aは、(1 $\bar{1}$ 00)面から(000 $\bar{1}$) C面方向に

力の関係は、単結晶の成長速度が0.4～1.6mm/h、より好ましくは0.7～1.3mm/hとなるようにすることが望ましい。これより高速では結晶性が低下するため適当ではなく、これより低速では生産性が良くない。

【0019】結晶方位の異なる結晶グレインは、成長結晶表面を目視で観測することによって容易に判定できる。さらに結晶の内部を調べるためには、成長インゴットから{0001}ウェハを切り出し鏡面研磨したものを偏光顕微鏡で観測する。

【0020】実施例1

【外14】

40 (1 $\bar{1}$ 00)面から(000 $\bar{1}$) C方向に

15度のオフ角度をつけた種結晶基板上に、原料温度を2340℃、基板温度を2280℃、雰囲気圧力を10 Torrとして成長を行なった。成長速度は基板面に垂直方向に約1mm/hであった。

【0021】成長結晶先端部は基板にほぼ平行に、多数のファセット面で覆われていた。その表面には種結晶と方位の異なる結晶グレインは全く観察できなかった。また、このインゴットから{0001}ウェハを切り出し鏡面加工したものを偏光顕微鏡で観察しても、そのような結晶グレインは観察できなかった。

5

【0022】同じ条件で成長を数度行なったが、種結晶と方位の異なる結晶グレインの発生は認められなかった。

【0023】実施例2

【外15】

(11 $\bar{2}$ 0)面から(000 $\bar{1}$)C方向に

20度のオフ角度をつけた種結晶基板上に、原料温度を2340℃、基板温度を2280℃、雰囲気圧力を10 Torrとして成長を行なった。成長速度は基板面に垂直方向に約1mm/hであった。

【0024】成長結晶先端部には基板にほぼ平行な面が現れた。その表面には種結晶と方位の異なる結晶グレインは全く観察できなかった。また、このインゴットから{0001}ウェハを切り出し鏡面加工したものを偏光顕微鏡で観察しても、そのような結晶グレインは観察できなかった。

【外16】

また、(1 $\bar{1}$ 00)面と(11 $\bar{2}$ 0)面との中の面を種結晶に使用しても同じ結果が得られた。

【0025】比較例1

【外17】

(1 $\bar{1}$ 00)面から(0001)S1方向に

15度のオフ角度をつけた種結晶基板上に、原料温度を2340℃、基板温度を2280℃、雰囲気圧力を10 Torrとして成長を行なった。成長速度は基板面に垂直方向に約1mm/hであった。

【0026】成長結晶表面には基板にほぼ平行に、多数のファセット面で覆われていた。その表面には、種結晶と方位の異なる結晶グレインを数個観察できた。また、このインゴットから{0001}ウェハを切り出し鏡面加工したものを偏光顕微鏡で観察すると、そのような結晶グレインが成長方向に拡大している部分が観察できた。

【0027】比較例2

【外18】

6

(1 $\bar{1}$ 00)面の種結晶基板上に、

原料温度を2340℃、基板温度を2280℃、雰囲気圧力を10 Torrとして成長を行なった。成長速度は基板面に垂直方向に約1mm/hであった。成長結晶表面には基板にほぼ平行に、

【外19】

(1 $\bar{1}$ 00)ファセット面で覆われていた。

その表面には、種結晶と方位の異なる結晶グレインを数個観察できた。また、このインゴットから{0001}ウェハを切り出し鏡面加工したものを偏光顕微鏡で観察すると、そのような結晶グレインが成長方向に拡大している部分が観察できた。

【0028】

【発明の効果】本発明を用いることにより、種結晶と結晶方位の異なる結晶グレインの含まない良質のSiC単結晶インゴットを育成することができ、SiC単結晶を用いた青色発光ダイオード、耐環境用電子デバイスなどの各種応用面に有用な高品質単結晶ウェハの供給が可能となる。

20 【図面の簡単な説明】

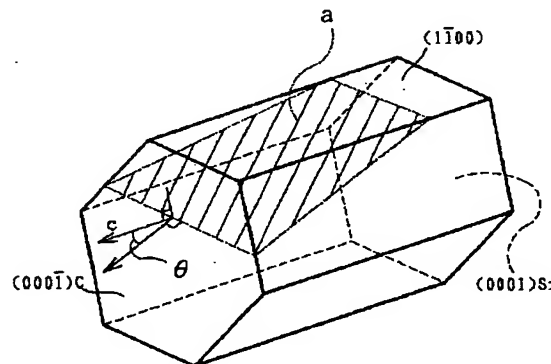
【図1】は、本発明のSiC単結晶成長に用いられる単結晶成長装置の構造の一例を模式的に示す断面図である。

【図2】は、本発明で使用する種結晶の結晶面の一例を説明するための図面である。

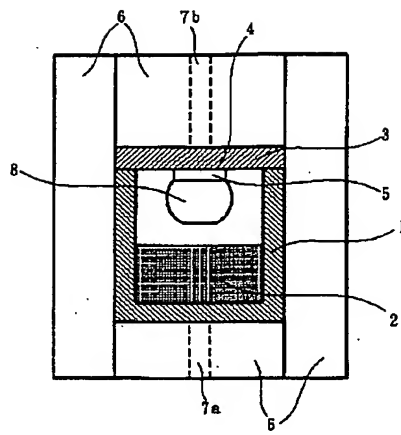
【符号の説明】

- 1…坩堝、
- 2…SiC原料粉末、
- 3…坩堝蓋、
- 4…種結晶取り付け部、
- 5…種結晶、
- 6…断熱フェルト、
- 7a, 7b…光路、
- 8…SiC単結晶。

【図2】



【図 1】



THIS PAGE BLANK (USPTO)